

早稲田大学大学院理工学研究科

博士論文審査報告書

論 文 題 目

鋼の表面赤熱脆性抑制に関する研究
Studies on the suppression of surface hot-shortness in steels

申 請 者

氏 名

秦野 正治
Masaharu Hatano

専攻・研究指導
(課程内のみ)

2005 年 7 月

鉄鋼材料は安価で、かつ多様な性質を示すことから、これまでに種々の構造物に対して大量の利用がなされている。しかし、その結果として鉄スクラップの量は近年大幅に増加しており、省資源、地球温暖化や廃棄物問題等の観点から、その利用について積極的な対応が望まれている。また最近では、鉄スクラップの量の問題に加え、精錬で除去し難い Cu と Sn が鉄スクラップ中に順次濃縮し、表面赤熱脆性を生じるというリサイクル上の問題も生じている。このため、鉄スクラップに対するリサイクル率向上を目的とした、表面赤熱脆性の抑制は、現在の鉄鋼材料分野における重要な検討課題の一つとなっている。

鉄スクラップを鉄源とした際に発生する熱間加工割れ、すなわち表面割れは、Cu や Sn による表面赤熱脆性をその起源としている。ここで、鋼材を加熱すると鉄が選択酸化され、酸化物を生成し難い Cu や Sn は酸化層であるスケールと地鉄の界面に濃化する。従来の研究から、本研究で取り上げた表面割れは、1100 付近において液相のこれら Cu と Sn が、熱間加工によりスケール/地鉄界面から結晶粒界へ浸入し、粒界強度を弱めることによって生じると指摘されている。また、このように指摘されている表面割れの機構解明に加え、工業的には、現場の熱間圧延プロセスでの熱履歴および加熱雰囲気の水蒸気濃度を考慮して表面赤熱脆性を再現し、その影響の理解を通して表面割れ抑制の方策を見出すことも現在重要な課題である。そこで、本博士論文では、実用的な見地に立ち、現場操業の条件下で発生する表面割れを再現し、その発生条件と要因を明らかにするとともに、表面割れ抑制のための方策を検討している。特に、要因については、競合する拡散場に基づいた新たな機構の提案も行っている。これらの結果をまとめた本論文は、以下の 7 章から構成されている。

第一章「緒言」では、鋼材の表面赤熱脆性、および Cu と Sn による表面赤熱脆性に関する従来の研究を総括し、これらの報告に基づいた本研究の背景と研究目的が述べられている。

第二章「実験方法」では、本研究において実験に供した 0.3%Cu-0.05%Sn 含有鋼の作製方法、これら供試鋼を用いて行った熱間加工割れ再現実験の手順、さらに表面割れの評価方法およびスケール/地鉄界面の観察方法の詳細について述べられている。

第三章「表面赤熱脆性におよぼす熱履歴の影響」では、0.3%Cu-0.05%Sn 含有鋼を 1250 に加熱後、冷却途中での等温保持によって生じる表面割れの特徴について、熱間加工割れ再現実験により調べた結果が述べられている。再現実験の結果、表面割れは 1200、1150、および 1100 での等温保持において発生している。その特徴については、高温域の 1200 と 1150 保持の場合、割れは 5 分以下の短時間に集中し、10 分以上の長時間保持では減少すること、一方低温域の 1100 保持での割れは、5 分以下においてその個数は少ないものの、時間の経過とともに増加することが示されている。さらに、スケール/地鉄界面の観察から、多数の割れが観察された試験材では、スケール/地鉄界面に加え、

地鉄表層部分の結晶粒界に沿っても Cu-Sn 濃化相の存在が見出されている。これらの実験結果から、表面割れは、1250 からの冷却に伴う Cu 固容量の低下により、液相の Cu (Sn) 濃化相が地鉄表層部分の結晶粒界に沿って析出し、その結果、粒界強度を弱めることにより生じると推察される。そこで、結晶粒界への Cu (Sn) 濃化相の析出に注目し、競合する拡散場をモデル化した後、Cu 原子の定常拡散を考えることによりその詳細について速度論的に検討している。具体的に考慮した競合する 2 つの流れは、希釈に關係する鋼中へのフラックスと表面割れの要因となる結晶粒界へのフラックスである。検討の結果、1250 からの冷却の際に生じる表面赤熱脆性の要因は、実際、地鉄表層部に存在する結晶粒界への Cu (Sn) 濃化相の析出によること、さらに高温域である 1200 ~ 1150 での長時間保持は割れの抑制に対して有効な手段であることを明らかにしている。これら成果は、鋼の表面赤熱脆性の発生機構に対して新たな視点を提供するものであり、さらにその対策の有効性は、工学的な視点からも重要な意義を持つものである。

第四章「水蒸気含有雰囲気加熱における表面赤熱脆性」では、現場加熱炉の水蒸気酸化雰囲気を再現し、この雰囲気での表面割れの特徴、さらには Si や Ni の微量添加によるその影響について調べた結果が述べられている。まず、水蒸気濃度 20 ~ 30% の場合には、大氣中に比べ大きな割れが生じることを明らかにしている。そこで、スケール / 地鉄界面近傍の組織を調べたところ、1250 に加熱した試料片での地鉄界面は平滑で、Cu (Sn) 濃化相は基本的にスケール内には存在しないことが分かった。このため、水蒸気酸化雰囲気での脆化の促進は、平滑なスケール / 地鉄界面における Cu (Sn) 濃化液相の生成のしやすさによると結論される。一方、Si と Ni の微量添加の影響については、0.1% Si 鋼および 0.14% Ni 鋼を用いて水蒸気酸化雰囲気での脆化を検討し、これらの添加が実際割れの抑制にとって有効な手段であることを明らかにしている。具体的な要因については、0.1% Si 鋼が水蒸気酸化雰囲気での内部酸化、0.14% Ni 鋼では不均一酸化により、スケール / 地鉄界面が凹凸化し、Cu (Sn) 濃化液相がスケール中へ取り込まれるためであると推察している。また、0.14% Ni 鋼においては、地鉄界面の凹凸化が生じない、酸化増量の少ない 1% O₂-bal. N₂ の酸化条件下でも、地鉄界面が液相の Cu-Sn-Ni 濃化相によって覆われ、脆化はむしろ促進することを明らかにしている。すなわち、脆化抑制元素として知られる Ni の脆化抑制の要因は、スケール / 地鉄界面の凹凸化による、スケール中への Cu (Sn) 濃化相の排出によるものであると結論している。これらの成果は、鋼の現場製造における工学的因子の理解に対して、重要な貢献が期待される。

第五章「Cu 含有フェライト系ステンレス鋼における表面赤熱脆性の抑制」では、熱間加工割れ再現実験により、Cu 含有ステンレス鋼での表面赤熱脆性抑制の起源について検討を行っている。ここでステンレス鋼では、Cu 含有量が著しく多い場合でも、炭素鋼に比べて表面赤熱脆性は生じにくいことが知ら

れている。再現実験の結果、0.3% Cu 炭素鋼において大きい割れが生じる熱履歴・酸化増量に対しても、16% Cr-2.4% Cu ステンレス鋼では、割れが全く生じないことを明らかにしている。また組織観察から、ステンレス鋼での Cu 濃化領域は、スケールの内方成長により、スケール/地鉄界面ではなく、多孔質の内層スケール中に多数存在すること、またスケール/地鉄界面の凹凸化も顕著なものであることが指摘されている。本論文では、これら実験事実に基づき、Cu 含有フェライト系ステンレス鋼での脆化抑制の起源が、スケールの内方成長による内層スケール中への Cu 濃化相の残留、複雑な形態を有する地鉄界面での Cu 濃化相の残留の困難さ、フェライト母材中への Cu 原子の拡散による大きな希釈作用、の3つの因子によって説明されることを明らかにしている。すなわち、ステンレス鋼に関するこれらの研究結果は、表面赤熱脆性の対策として、スケール中への Cu 濃化相の排出が如何に重要なものであるかを示している。よって、これら成果は、炭素鋼における脆性対策への理解に対して重要な意義を持つものである。

第六章「総合考察」では、現場条件を再現して得られた本研究成果と従来の成果とを比較し、その相違を基に表面赤熱脆性に及ぼす現場製造条件とその対策について検討している。

第七章「総括」では、現場操業条件下で発生する表面割れの要因とその抑制に関して、本研究で得られた成果の総括を行っている。

以上、要するに本論文では、1250 加熱後の冷却の際に生じる鋼の表面割れの特徴について、現場熱履歴を再現した熱間加工割れ再現実験を通して、その要因と対策を検討している。その結果、表面割れの要因は地鉄表層部に存在する結晶粒界への Cu(Sn) 濃化相の析出によること、高温域での長時間保持により割れは抑制されること、さらに現場加熱炉での水蒸気酸化雰囲気における脆化抑制には、Si および Ni の微量添加が特に有効な手段であることを明らかにしている。これらの成果は、鋼の表面赤熱脆性の要因に関して新たな視点を提供し、材料工学の発展に寄与するものであると同時に、鋼の表面赤熱脆性抑制という応用的な側面へも多大な貢献が期待される。よって、本論文は、博士(工学)の学位論文として価値あるものと認める。

2005 年 6 月

審査員

(主査) 早稲田大学教授	工学博士(東京工業大学)	小山 泰正
早稲田大学教授	工学博士(東京大学)	伊藤 公久
早稲田大学助教授	博士(工学)(早稲田大学)	吉田 誠